

## 海南省药品监督管理局中药配方颗粒质量标准征求意见稿

### 白薇（白薇）配方颗粒

#### Baiwei(Baiwei) Peifangkeli

**【来源】** 本品为萝藦科植物白薇 *Cynanchum atratum* Bge. 的干燥根和根茎经炮制并按标准汤剂的主要质量指标加工制成的配方颗粒。

**【制法】** 取白薇（白薇）饮片3500g，加水煎煮，滤过，滤液浓缩成清膏（干浸膏出膏率为14.5%~28.5%），加入辅料适量，干燥（或干燥，粉碎），再加入辅料适量，混匀，制粒，制成1000 g，即得。

**【性状】** 本品为浅灰黄色至浅棕褐色的颗粒；气微，味微苦。

**【鉴别】** 取本品适量，研细，取1.5g，加甲醇30ml，超声处理30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加水20ml使溶解，用乙醚振摇提取2次，每次20ml，合并乙醚液，挥干，残渣加甲醇1ml使溶解，作为供试品溶液。另取白薇（白薇）对照药材2g，加水60ml，煎煮30分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇30ml，同法制成对照药材溶液。或取白薇（白薇）配方颗粒对照提取物0.8g，加甲醇30ml，同法制成配方颗粒对照提取物溶液。再取对羟基苯乙酮对照品、2,4-二羟基苯乙酮对照品，分别加甲醇制成每1ml含对羟基苯乙酮0.5mg、2,4-二羟基苯乙酮0.1mg的溶液，作为对照品溶液。照薄层色谱法（中国药典2020年版通则0502）试验，吸取上述四种溶液各8μl，分别点于同一硅胶GF254薄层板上，以环己烷-乙酸乙酯（5：3）为展开剂，展开，取出，晾干。置紫外光灯（254nm）下检视，供试品色谱中，在与对照药材或配方颗粒对照提取物色谱和对羟基苯乙酮对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点；喷以3%三氯化铝乙醇溶液，置紫外光灯（365nm）下检视，供试品色谱中，在与对照药材色谱或配方颗粒对照提取物色谱和2,4-二羟基苯乙酮对照品色谱相应的位置上，显相同颜色的荧光斑点。

**【特征图谱】** 照高效液相色谱法（中国药典2020年版通则0512）测定。

色谱条件与系统适用性试验 同[含量测定]项。

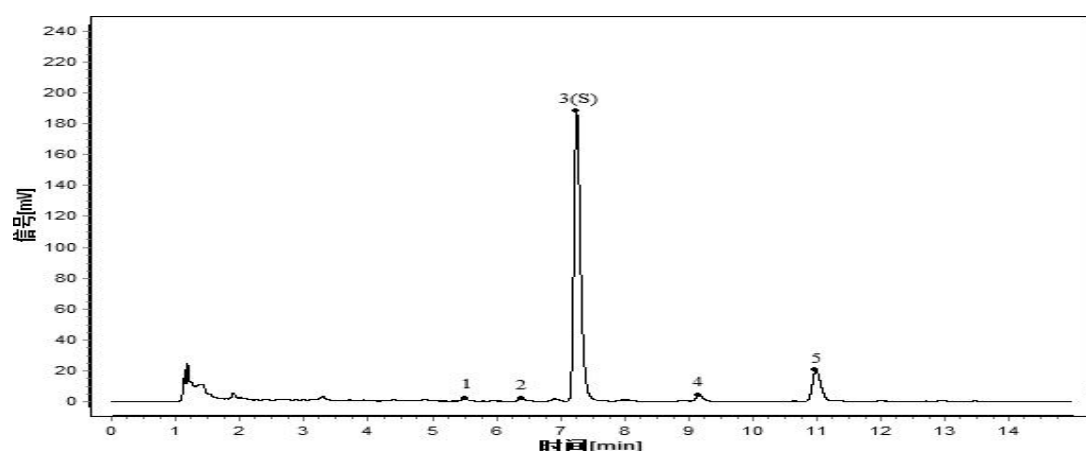
**参照物溶液的制备** 取白薇（白薇）对照药材0.5g，加70%乙醇15ml，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，滤过，取续滤液，作为对照药材参照物溶液。或取白薇（白薇）配方颗粒对照提取物适量，加70%乙醇制成每1ml含5mg的溶液，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，摇匀，滤过，取续滤液，作为配方颗粒对照提取物参照物溶液。另取对羟基苯乙酮对照品、2,4-二羟基苯乙酮对照品适量，加甲醇制成

每1ml含对羟基苯乙酮0.2mg、2,4-二羟基苯乙酮0.1mg的混合溶液，作为对照品参照物溶液。

**供试品溶液的制备** 同[含量测定]项。

**测定法** 分别精密吸取参照物溶液与供试品溶液各1 $\mu$ l，注入液相色谱仪，测定，即得。

供试品色谱中应呈现5个特征峰，并应与对照药材参照物色谱或配方颗粒对照提取物参照物色谱中的5个特征峰保留时间相对应，其中峰3、峰5应分别与相应对照品参照物峰保留时间相对应。与对羟基苯乙酮参照物峰相对应的峰为S峰，计算峰1、峰2、峰4与S峰的相对保留时间，其相对保留时间应在规定值的 $\pm 10\%$ 范围之内，规定值为：0.76（峰1）、0.88（峰2）、1.25（峰4）。



对照特征图谱

峰3（S）：对羟基苯乙酮；峰5：2,4-二羟基苯乙酮

参考色谱柱：BEH C18，2.1mm $\times$ 150mm，1.7 $\mu$ m

**【检查】 重金属及有害元素** 照铅、镉、砷、汞、铜测定法（中国药典2020年版通则2321原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体质谱法）测定，铅不得过5mg/kg；镉不得过1mg/kg；砷不得过2mg/kg；汞不得过0.2mg/kg；铜不得过20mg/kg。

**其他** 应符合颗粒剂项下有关的各项规定（中国药典2020年版通则0104）。

**【浸出物】** 取本品适量，研细，取约2g，精密称定，精密加入乙醇100ml，照醇溶性浸出物测定法（中国药典2020年版通则2201）项下的热浸法测定，不得少于16.0%。

**【含量测定】** 照高效液相色谱法（中国药典2020年版通则0512）测定。

**色谱条件与系统适用性试验** 以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂（柱长为150mm，内径为2.1mm，粒径为1.7 $\mu$ m）；以甲醇为流动相A，以0.05%甲酸溶液为流动相B，按下表中的规定进行梯度洗脱；流速为每分钟0.3ml；柱温为30 $^{\circ}$ C；检测波长为275nm。理论板数按对羟基苯乙酮峰计算应不低于5000。

时间（分钟）	流动相A（%）	流动相B（%）
0~12	19 $\rightarrow$ 30	81 $\rightarrow$ 70

12~15	30→35	70→65
15~20	35	65

**对照品溶液的制备** 取对羟基苯乙酮对照品适量，精密称定，加甲醇制成每1ml含0.2mg的溶液，即得。

**供试品溶液的制备** 取本品适量，研细，取约0.2g，精密称定，置具塞锥形瓶中，精密加入70%乙醇15ml，称定重量，超声处理（功率300W，频率40kHz）30分钟，放冷，再称定重量，用70%乙醇补足减失重量，摇匀，滤过，取续滤液，即得。

**测定法** 分别精密吸取对照品溶液与供试品溶液各1μl，注入液相色谱仪，测定，即得。

本品每1g含对羟基苯乙酮（C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>）应为2.0mg~10.0mg。

**【规格】** 每1g配方颗粒相当于饮片3.5g。

**【贮藏】** 密封。